

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-62804

⑬ Int. Cl.⁵
C 08 F 8/50

識別記号
MHY

庁内整理番号
6917-4 J

⑭ 公開 平成3年(1991)3月18日

審査請求 未請求 請求項の数 9 (全8頁)

⑮ 発明の名称 低分子ポリオレフィンの製造法

⑯ 特 願 平1-197874

⑰ 出 願 平1(1989)7月28日

⑱ 発 明 者 西 本 博 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会社内
⑲ 発 明 者 千 田 英 一 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会社内
⑳ 出 願 人 三洋化成工業株式会社 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1

目 次

1. 発明の名称

低分子ポリオレフィンの製造法

2. 特許請求の範囲

1. 管状反応器でポリオレフィンを不活性ガス中、熱減成して数平均分子量500~10,000の低分子ポリオレフィンを連続的に製造する方法において、熱減成を300~450℃で0.5ないし10時間および式

$$0.3 \leq \frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \leq 100 \quad (1)$$

[式中、d: ポリオレフィンの23℃での密度(g/cm³)、σ: ポリオレフィンの単位時間当りの減成量(kg/hr)、D: 管状反応器の内径(m)、L: 管状反応器の長さ(m)、T: 減成温度(℃)を示す。]を満たす条件下で行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法。

2. 管状反応器でポリオレフィンを不活性ガス中、熱減成して数平均分子量500~10,000の低分子ポリオレフィンを連続的に製造する方法において、管状反応器として内径の異なる管を2段以上直列に連

結して300~450℃で0.5ないし10時間熱減成を行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法。
3. 内径の異なる管が式(2)~(5)を満たす一段目の反応器(以下前部管という)および最終段の反応器(以下最終管という)からなる請求項2記載の製造法。

$$0.2 \leq D1/D \leq 0.8 \quad (2)$$

$$150 \leq L1/D1 \leq 1500 \quad (3)$$

$$200 \leq Le/D \leq 800 \quad (4)$$

$$0.3 \leq (L1 \times De) / (Le \times D1) \leq 4.0 \quad (5)$$

[式中、D1: 前部管内径、De: 最終管内径、L1: 前部管の管長、Le: 最終管の管長を示す。]

4. 管状反応器でポリオレフィンを不活性ガス中、熱減成して数平均分子量500~10,000の低分子ポリオレフィンを連続的に製造する方法において、管長5ないし200mの管状反応器を用い、0.2ないし200kg/cm²の圧力下、5ないし100m/hrの線速度で該管状反応器にポリオレフィンを300~450℃で0.5ないし10時間通して熱減成を行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法。

5. 管状反応器でポリオレフィン在不活性ガス中、300～450℃で0.5ないし10時間熱減成して数平均分子量500～10,000の低分子ポリオレフィンを連続的に製造する方法において、管状反応器の一部または全部としてスタティックミキサーを用い、300～450℃で0.5ないし10時間熱減成を行なうことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法。

6. 熱減成を式

$$0.3 \leq \frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \leq 500 \quad (1)$$

〔式中、d: ポリオレフィンの23℃での密度(g/cm³)、σ: ポリオレフィンの単位時間当りの減成量(kg/hr)、D: 管状反応器の内径(m)、L: 管状反応器の長さ(m)、T: 減成温度(℃)を示す。〕を満たす条件下で行なうことを特徴とする請求項5記載の製造法。

7. 管状反応器でポリオレフィン在不活性ガス中、熱減成して数平均分子量500～10,000の低分子ポリオレフィンを連続的に製造する方法において、管状反応器を無機塩混合物からなる浴に浸漬して30

-3-

られている(例えば英国特許第569043号、米国特許第2835659号、特公昭38-8737号公報および特公昭43-9368号公報)。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかし従来の技術では色相をはじめとした種々の品質(例えば臭気など)において安定した製品を工業的に製造する点で満足されるものではなかった。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者は、色相をはじめとした種々の品質の安定した低分子ポリオレフィンを工業的に製造すべく鋭意検討を行った結果、本発明に到達した。

すなわち本発明は、管状反応器でポリオレフィン在不活性ガス中、熱減成して数平均分子量500～10,000の低分子ポリオレフィンを連続的に製造する方法(以下この項において前記の方法という)

において、

熱減成を300～450℃で0.5ないし10時間および式

$$0.3 \leq \frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \leq 100 \quad (1)$$

-5-

0～450℃で0.5ないし10時間熱減成を行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法。

8. ポリオレフィン在不活性ガス中、熱減成して数平均分子量500～10,000の低分子ポリオレフィンを連続的に製造する方法において、ポリオレフィン100重量部に対しフェノール系酸化防止剤0.01ないし0.2重量部の存在下300～450℃で0.5ないし10時間熱減成を行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法。

9. 請求項1～8のいずれか記載の方法を2以上組み合わせる低分子ポリオレフィンの製造法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、低分子ポリオレフィンの製造法に関する。さらに詳しくは工業的に有用な低分子ポリオレフィンの製造法に関する。

〔従来の技術〕

従来、ポリオレフィンを熱分解して低分子ポリオレフィンを製造する方法としてポリオレフィン在不活性ガス中、250～600℃で加熱する方法が知

-4-

〔式中、d: ポリオレフィンの23℃での密度(g/cm³)、σ: ポリオレフィンの単位時間当りの減成量(kg/hr)、D: 管状反応器の内径(m)、L: 管状反応器の長さ(m)、T: 減成温度(℃)を示す。〕を満たす条件下で行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法; 前記の方法において管状反応器として内径の異なる管を2段以上直列に連結して300～450℃で0.5ないし10時間行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法; 前記の方法において、内径の異なる管が式(2)～(5)を満たす前部管および最終管からなる請求項2記載の製造法

$$0.2 \leq D_1 / D_e \leq 0.8 \quad (2)$$

$$150 \leq L_1 / D_1 \leq 1500 \quad (3)$$

$$200 \leq L_e / D_e \leq 800 \quad (4)$$

$$0.3 \leq L_1 \times D_e / L_e \times D_1 \leq 4.0 \quad (5)$$

〔式中、D₁: 前部管内径、D_e: 最終管内径、L₁: 前部管の管長、L_e: 最終管の管長を示す。〕; 前記の方法において、管長5ないし200mの管状反応器を用い、0.2ないし200kg/cm²の圧力下、5ないし

-6-

特開平 3-62804(3)

100m/hrの線速度で該管状反応器にポリオレフィンを300~450℃で0.5ないし10時間通して行うことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法；前記の方法において、管状反応器の一部または全部としてスタティックミキサーを用い、300~450℃で0.5ないし10時間行なうことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法；熱減成を式

$$0.3 \leq \frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \leq 500 \quad (1)$$

[式中、 d ：ポリオレフィンの23℃での密度（g/cm³）、 σ ：ポリオレフィンの単位時間当りの減成量（kg/hr）、 D ：管状反応器の内径（m）、 L ：管状反応器の長さ（m）、 T ：減成温度（℃）を示す。]を満たす条件下で行なうことを特徴とする請求項5記載の製造法；前記の方法において、管状反応器を無機塩混合物からなる浴に浸漬して300~450℃で0.5ないし10時間行なうことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法；ポリオレフィンを不活性ガス中、熱減成して数平均分子量500~10,000の低分子ポリオレフィンを製造する方法において、

-7-

チルからなる群より選ばれる基があげられる）などがあげられる。

ポリオレフィンのメルトフローレートは通常0.5ないし200（g/10min）、好ましくは1ないし100（g/10min）である。数平均分子量は通常12000ないし100,000、好ましくは15,000ないし70,000である。

ポリオレフィンの23℃における密度は通常0.85~1（g/cm³）である。

本発明の製造法の一例を図面により説明する。第1図において1は管状反応器の前部管、2は最終管、3は気液分離器、4は不活性ガス吹き込み口、5は熱媒体（ソルトバス）容器、6はソルトバス、7はソルトバスの攪拌器である。

ポリオレフィンは管状反応器に入って加熱、減成された後、気液分離器で揮発性ガス状物が除かれ低分子ポリオレフィンとなる。

管状反応器の内径（ D ）は通常10ないし300mm、好ましくは20ないし200mmである。長さ（ L ）は通常5ないし200m、好ましくは10ないし150mである。

ポリオレフィン100重量部に対しフェノール系酸化防止剤0.01ないし0.2重量部の存在下300~450℃で0.5ないし10時間行なうことを特徴とする低分子ポリオレフィンの製造法；および請求項1~8のいずれか記載の方法を2以上組み合わせる低分子ポリオレフィンの製造法である。

本発明においてポリオレフィンとしてはエチレン、プロピレン、1-ブテンおよび4-メチル-1-ペンテンからなる群より選ばれる α -オレフィンの単独重合体またはこれら α -オレフィンの二種以上からなる共重合体またはこれら α -オレフィンの一種以上と他の α -オレフィンおよび/またはビニル化合物の一種または二種以上との共重合体があげられる。他の α -オレフィンとしては炭素数5~18のオレフィン、例えば1-ペンテン、1-ヘキセン、1-オクテン、1-デセン、1-ドデセン等があげられる。ビニル化合物としては不飽和カルボン酸またはその無水物〔（メタ）アクリル酸、無水マレイン酸など〕および（メタ）アクリル酸アルキル（アルキル基としてはメチル、エチルおよびブ

-8-

管状反応器の長さが5m未満では得られた低分子ポリオレフィンの臭気が増大し均質なものが得られにくい。200mを超えると色相が悪くなる。

管状反応器の長さ（ L ）と内径（ D ）の比（ L/D ）は通常50ないし2000、好ましくは120ないし1500である。

管状反応器は内径の異なる管状反応器を通常二段以上、好ましくは二ないし五段、特に好ましくは二段に直列に連結したものを使用する。管状反応器はまっすぐでも、またラセン状に曲がったものでもよい。

前部管の内径（ D_1 ）と最終管の内径（ D_e ）との比（ D_1/D_e ）は、通常0.2ないし0.8、好ましくは0.3ないし0.7である。 D_1/D_e が0.2未満だと得られた低分子ポリオレフィンの色相が悪くなり、0.8を超えると臭気が増大する。

前部管の長さ（ L_1 ）と D_1 との比（ L_1/D_1 ）は通常150ないし1500、好ましくは200ないし1200にする。 L_1/D_1 が150未満では得られた低分子ポリオレフィンの臭気が大きくなり、1500を超えると色相が悪くなる。

-9-

-10-

特開平 3-62804(4)

最終管の長さ (Le) と De との比 (Le/De) は通常 200 ないし 800、好ましくは 250~700 である。Le/De が 200 未満では得られた低分子ポリオレフィンの臭気が大きくなり、800 を越えると色相が悪くなる。

LI/DI と Le/De との比 $[(LI \times De)/(Le \times DI)]$ は通常 0.3 ないし 4.0、好ましくは 0.5~3.5 である。 $(LI \times De)/(Le \times DI)$ が 0.3 未満では得られた低分子ポリオレフィンの色相が悪くなり、4.0 を越えると臭気が増大する。

管状反応器が三段以上で構成される場合、中間の管 (二段目から最終段の一段前までの管) の内径は特に限定されないが徐々に大きくしていくことが好ましい。長さは任意に設定してもよい。

本発明において管状反応器の一部または全部としてスタティックミキサーを用いることができる。スタティックミキサーとしては通常のもの、例えば「静止型混合器」(日刊工業新聞社、昭和 56 年 9 月 30 日発行) の 5 頁および 6 頁目に記載のものなどがあげられる。スタティックミキサーを使うこと

-11-

ソルトを混合する場合の重量比は特に限定されないが、好ましくは混合塩の融点範囲が 50 ないし 200℃ になるように選ぶ。

加熱の方法は通常、電熱ヒーターにて行う。温度の調整は特に限定されないが、好ましくは $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 以下の制御範囲である。この範囲外では均質なポリオレフィンが得られにくい。

本発明における反応は通常、不活性ガス中で行う。不活性ガスとしてはアルゴン、窒素、炭酸ガスおよび水蒸気などがあげられる。好ましくは窒素である。流量は通常、5 ないし 100 l/min である。

反応を促進する目的で触媒を用いることもできる。触媒としてはラジカル発生触媒 [ベンゾイルパーオキシド、ジ-tert-ブチルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイドなどのパーオキサイド類; 2,2'-アゾビス(イソブチロニトリル)、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル) 及び 4,4'-アゾビス(4-シアノバレリアン酸) などのアゾニトリル類] およびクラッキング触媒 (シリカ-アルミナ、シリカ-マグネシア、活性白土など)

-13-

によって臭気が少なくなるというメリットがある。

スタティックミキサーの長さ (L) と内径 (D: 通路管の内径で装わす) との比は通常 50 ないし 2000、好ましくは 120 ないし 1500 である。

スタティックミキサーは管状反応器の一部または全部に使用することができる。一部に使用する場合、残部は通常の管を使用することができる。また一部に使用する場合スタティックミキサーの位置は特に限定されない。すなわち管状反応器の前半部、後半部およびその中間のいずれでもよいが、好ましくは前半部である。使用する位置は 1 ヶ所でも 2 ヶ所以上でもよい。

本発明の製造法において熱媒浴としてソルトバスを用いるのが好ましい。ソルトの種類としては塩化リチウム-塩化カリウム、硫酸リチウム-硫酸カリウム、硝酸ナトリウム-硝酸カリウム、亜硝酸ナトリウム-硝酸カリウム、水酸化ナトリウム-水酸化カリウムなどの混合塩があげられる。これらのうち好ましいものは亜硝酸ナトリウム-硝酸カリウムの混合塩である。

-12-

などがあげられる。

触媒の使用量はポリオレフィン 100 重量部に対し通常 0.1 ないし 20 重量部、好ましくは 1 ないし 10 重量部である。ポリオレフィンへの触媒の添加は通常、管状反応器に入る前に行う。

反応温度は 300~450℃、好ましくは 320~430℃ である。反応温度が 300℃ 未満では反応に長時間を要し (通常 30 時間以上)、得られた低分子ポリオレフィンの色相が悪くなる。450℃ を超えると臭気が増大する。

反応時間は 0.5~10 時間、好ましくは 1~7 時間である。反応時間が 0.5 時間未満では得られた低分子ポリオレフィンの臭気が増大し、また均質なものが得られにくい。10 時間を超えると色相が悪くなる。

ポリオレフィンの単位時間当りの減成量は通常 10 ないし 700 kg、好ましくは 50 ないし 500 kg である。

圧力は通常 0.1 ないし 200 kg/cm²、好ましくは 0.5 ないし 150 kg/cm² である。圧力が 0.2 kg/cm² 未満ではえられた低分子ポリオレフィンの色相が悪

-14-

くなり、200kg/cm²を超えると臭気が増大する。

本発明においては式

$$0.3 \leq \frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \leq 100 \quad (1)$$

[式中、d: ポリオレフィンの23℃での密度 (g/cm³)、σ: ポリオレフィンの単位時間当りの減成量 (kg/hr)、D: 管状反応器の内径 (m)、L: 管状反応器の長さ (m)、T: 減成温度 (℃) を示す。]

を満足するように熱減成を行う。好ましくは

$$\frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \text{ が } 0.5 \text{ ないし } 70 \text{ になるような条件下}$$

で行なう。

$$\frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \text{ が } 0.3 \text{ 未満では得られた低分子ポ}$$

リオレフィンの色相が悪くなり、100を超えると臭気が増大する。

管状反応器としてスタティックミキサーを一部または全部に使用する場合、熱減成は式

$$0.3 \leq \frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \leq 500 \quad (1)'$$

-15-

管状反応器がスタティックミキサーの場合、管の内径 (D) はスタティックミキサーの通路管の内径を示し、長さはスタティックミキサーの長さで示す。

本発明においてポリオレフィンの流動線速度は通常0.5ないし100m/hr、好ましくは1ないし80m/hrである。線速度が0.5m/hr未満では得られた低分子ポリオレフィンの色相が悪くなり、100m/hrを越えると臭気が増大する。

本発明においては通常フェノール系の酸化防止剤を添加して熱減成を行う。

フェノール系酸化防止剤としてはヒンダードフェノール系化合物が好ましい。ヒンダードフェノール系化合物としては単環式ヒンダードフェノール類例えば2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール (B.H.T)、2-tert-ブチル-4-メチルフェノール (B.H.A)、6-tert-ブチル-2,4-メチルフェノール (24MGB)、2,6-ジ-tert-ブチルフェノール (26B)、2-tert-ブチル-4-エチルフェノール (24MGB)、2,6-ジ-tert-ブチル-4-エチルフェノール、n-オク

特開平 3-62804(5)

[式中、d, σ, D, TおよびLは式(1)の場合と同様である。] を満足する条件下で行なう。好ましくは

$$\frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \text{ が } 0.5 \text{ ないし } 300 \text{ になるような条件}$$

下で行なう。

$$\frac{d \cdot \sigma \cdot D}{T \cdot L} \times 10^4 \text{ が } 0.3 \text{ 未満では得られた低分子ポ}$$

リオレフィンの色相が悪くなり、500を超えると臭気が増大する。

管状反応器が二段以上の場合、管の内径 (D) 及び長さ (L) は次式により計算する。

$$D = \frac{L_1 D_1 + L_2 D_2 + \dots + L_n D_n}{L_1 + L_2 + \dots + L_n}$$

$$L = L_1 + L_2 + \dots + L_n$$

[式中、L₁, L₂ : それぞれ一段目、二段目、..... 段目の管の長さ、L_n: 最終段の管の長さ、D₁, D₂ : それぞれ一段目、二段目、..... 段目の管の内径、D_n: 最終段の管の内径を示す。]

-16-

タデシル-3-(4'-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート、ジオクタデシル-4-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルベンジルフォスフォネート、ジエチル-4-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルベンジルフォスフォネートおよび6-(4-オキシ-3,5-ジ-tert-ブチル-アニリノ)2,4-ビス(n-オクチルチオ)-1,3,5-トリアジン; 二環式ヒンダードフェノール類、例えば4,4'-チオビス(6-tert-ブチル-3-メチルフェノール)、4,4'-ブチリデンビス(6-tert-ブチル-3-メチルフェノール)、4,4'-メチレンビス(6-tert-ブチルフェノール)、4,4'-ビス(2,6-ジ-tert-ブチルフェノール)、4,4'-チオビス(6-tert-ブチル-n-クレゾール)、2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、2,2'-チオビス(6-tert-ブチル-4-メチルフェノール)および1,6-ビス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-2-メチルフェニル)ブタン; および多環(三環以上)式ヒンダードフェノール類、例えば1,1,3-トリス(5-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-2-メチルフェニル)ブタン、

-17-

-18-

2,4,6-トリス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)メシチレン、1,3,5-トリス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)メシチレン、1,3,5-トリス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレートおよびテトラキス[β-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシメチル]メタンなどがあげられる。

これらのうち好ましくは2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール、2-tert-ブチル-4-メチルフェノール、n-オクタデシル-3-(4'-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート、およびテトラキス[β-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシメチル]メタンであり特に好ましいものはテトラキス[β-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシメチル]メタンである。

フェノール系酸化防止剤の添加量は、通常ポリオレフィン100重量部に対し通常0.01ないし0.2重量部、好ましくは0.02ないし0.15重量部である。

-19-

実施例 1

23℃における密度が0.920でメルトフローレートが2.0(g/10min)の高圧法ポリエチレンを410±0.1℃に温度制御されたソルトバス(亜硝酸ナトリウム-硝酸カリウムの重量比で45:55の混合塩)に浸漬した内径が49.5mmで長さ60mの前部管および内径が37.1mmで長さ50mの後部管からなる管状反応器に窒素を15l/min導入しながら180kg/hrの流量で通し連続的に熱減成した。得られた低分子ポリエチレンは数平均分子量2200、色相(ハーゼン)60、軟化点109℃および140℃における溶融粘度350cpsの無色で臭気のはとんどないワックスであった。

実施例 2

23℃における密度が0.957でメルトフローレートが12.2(g/10min)の低圧法ポリエチレンを用いる以外は実施例1と同様に行った。得られた低分子ポリエチレンは数平均分子量4200、色相(ハーゼン)50、軟化点127℃および140℃における溶融粘度3300cpsの無色で臭気のはとんどないワックスであった。

-21-

特開平 3-62804(6)

0.01重量部未満では得られた低分子ポリオレフィンの色相が悪くなり、0.2重量部を越えると臭気が増大する。

フェノール系酸化防止剤の添加方法は特に限定されない。例えば熱減成前に添加してもよく、また熱減成中に添加してもよい。

このようにして得られた低分子ポリオレフィン通常、極低分子量物を除去するための精製工程を経て粉末またはペレットに成型される。精製および成型の方法は特に限定されず通常の方法でよい。

本発明によって得られた低分子ポリオレフィンは通常500~10,000の数平均分子量を有する。

色相は通常ハーゼンで500以下、軟化点は90ないし210℃、また溶融粘度は140℃または160℃で20ないし100,000cpsである。

[実施例]

以下、実施例により本発明をさらに説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。実施例中の部は重量部である。

-20-

実施例 3

395±0.1℃に温度制御された実施例1と同様のソルトバスに浸漬した内径が73.9mmで長さ100mの管状反応器に窒素を10l/min導入しながら実施例1で用いた高圧法ポリエチレンを50kg/cm²の圧力下、45m/hrの線速度で2時間10分通し連続的に熱減成した。得られた低分子ポリエチレンは数平均分子量3300、色相(ハーゼン)30、軟化点111℃および140℃における溶融粘度880cpsの無色で臭気のはとんどないワックスであった。

実施例 4

実施例3で使用した高圧法ポリエチレンのかわりに23℃における密度が0.900でメルトフローレートが6.0(g/10min)のポリプロピレンを用いる以外は実施例3と同様に行った。得られた低分子ポリエチレンは数平均分子量3000、色相(ハーゼン)100、軟化点147℃および160℃における溶融粘度100cpsの微黄色で臭気のはとんどないワックスであった。

実施例 5

-22-

実施例 1 で使用した管状反応器の前部管を固定刃式のスタティックミキサーとした以外は実施例 1 と同様に行った。得られた低分子ポリエチレンは数平均分子量 2400、色相（ハーゼン）50、軟化点 109℃ および 140℃ における熔融粘度 390cps の無色で臭気の全くないワックスであった。

実施例 6

実施例 2 で管状反応器を通す前に酸化防止剤として 2-tert-ブチル-4-メトキシフェノール 0.05% をポリエチレンに添加する以外は実施例 2 と同様に行った。得られた低分子ポリエチレンは数平均分子量 4400、色相（ハーゼン）20、軟化点 128℃ および 140℃ における熔融粘度 3400cps の無色で臭気のほとんどないワックスであった。

〔発明の効果〕

本発明の製造法により色相をはじめとした種々の品質の安定した低分子ポリオレフィンを経工業的に製造することができる。具体的には

1. 色相の良好な低分子ポリオレフィンが得られる。

2. 臭気の少ない低分子ポリオレフィンが得られる。
3. 熱安定性の良好な低分子ポリオレフィンが得られる。
4. 熱減成による低分子ポリオレフィンの工業的規模の生産が効率よくできる。

上記効果を奏することから本発明で得られる低分子ポリオレフィンはプラスチックの顔料分散剤、プラスチックの加工性向上剤、ゴム添加剤、インキ、塗料の配合剤およびトナーの離型剤などとして好適に使用できる。

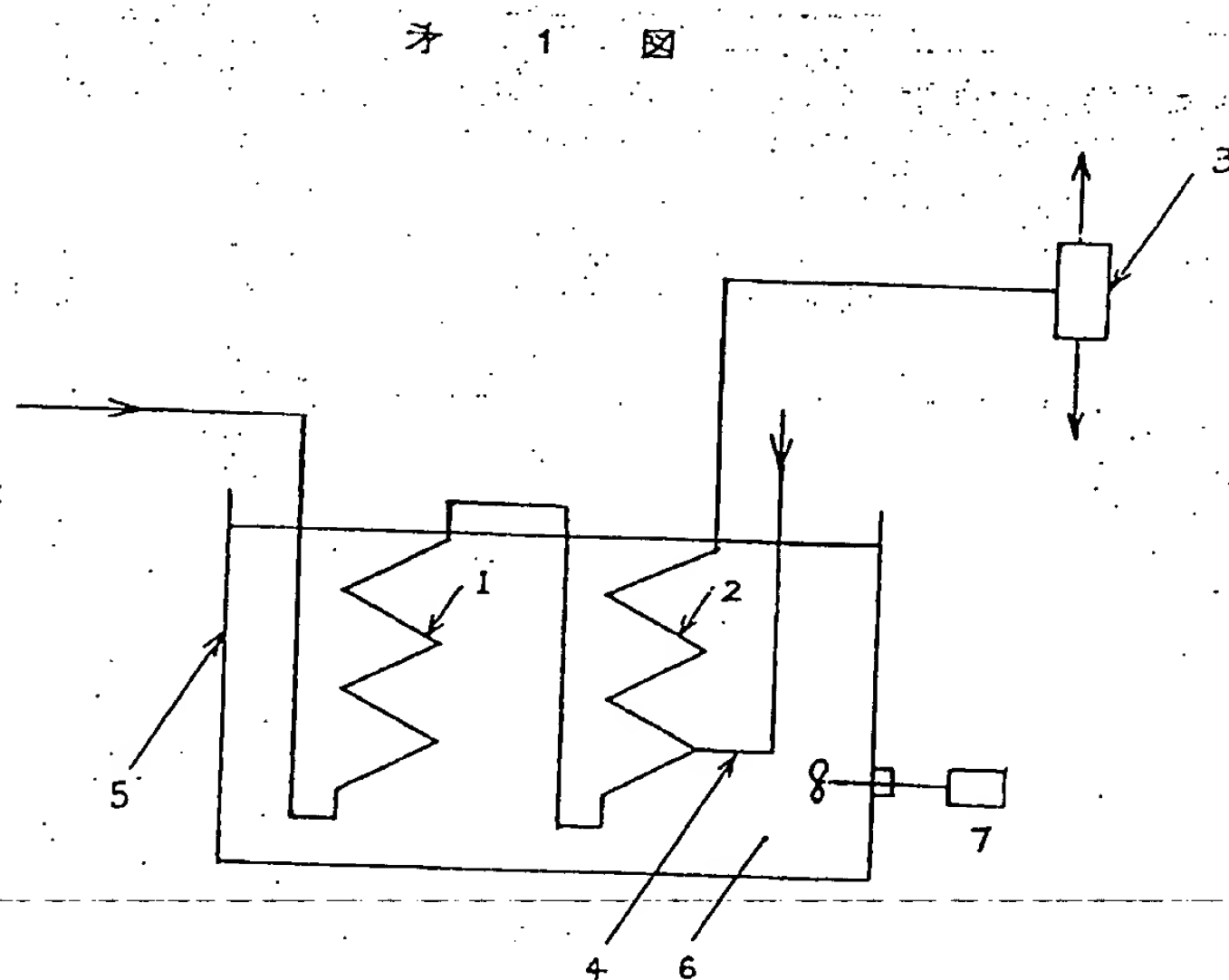
4. 図面の簡単な説明

第 1 図は本発明の実施例を示すフローチャートである。

1 および 2: 管状反応器

6: ソルトバス

特許出願人 三洋化成工業株式会社



手 続 補 正 書

平成 2 年 2 月 23 日
平成 1 年 8 月 28 日

特許庁長官 古 田 文 毅 殿

1. 事件の表示 / 197874

特許願第 197874 号
平成 1 年 7 月 26 日提出の特許願 (2)

特

適

2. 発明の名称

低分子ポリオレフィンの製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人
住所 京都市東山区一橋野本町11番地の1
名称 (228) 三洋化成工業株式会社
代表者 藤 本 武 彦

4. 補正命令の日付
自発

5. 補正により増加する請求項の数 ()

6. 補正の対象
明細書の「発明の詳細な説明」の欄

7. 補正の内容
明細書、第6頁、第16行の「 $0.3 \leq L1 \times De / Le \times D1 \leq 4.0$ 」を「 $0.3 \leq (L1 \times De) / (Le \times D1) \leq 4.0$ (5)」に訂正する。

